

## Cara uji minyak dan lemak



© BSN 1998

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar Isi

	Halaman
Daftar isi .....	i
1. Ruang lingkup .....	1
2. Acuan .....	1
3. Penyiapan contoh .....	1
4. Definisi .....	1
5. Kadar air .....	2
6. Bilangan peroksida .....	5
7. Bilangan iod .....	7
8. Bilangan penyabunan .....	9
9. Bilangan asam/asam lemak bebas/derajat asam .....	10
10. Bilangan Reichert Meissel .....	12
11. Bilangan Polenske .....	14
12. Ketepatan .....	15
13. Lampiran .....	16





## Cara uji minyak dan lemak

### 1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi penyiapan contoh serta cara uji minyak dan lemak yang terdiri dari kadar air, bilangan peroksida, bilangan iod, bilangan penyabunan, bilangan asam/asam lemak bebas/derajat asam, bilangan *Reichert Meissell* dan bilangan *Polenske*.

### 2 Acuan

SNI 01– 2891– 1992, *Cara uji makanan dan minuman*.

### 3 Penyiapan contoh

#### 3.1 Contoh berbentuk cairan, jernih dan tanpa sedimen

Kocok contoh dengan cara membalik-balikkan wadah berulang kali. Untuk beberapa jenis penetapan yang dapat dipengaruhi oleh adanya air dalam contoh seperti halnya penetapan bilangan iod, pisahkan airnya dengan cara menambahkan satu sampai dua gram  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat ke dalam 10 gram minyak atau lemak dan biarkan dalam oven pada temperatur  $50^\circ\text{C}$ , kemudian aduk dan saring.

#### 3.2 Contoh berbentuk cairan keruh atau bersedimen

Masukkan wadah minyak ke dalam pemanas air atau pada suhu  $50^\circ\text{C}$  dan biarkan sampai suhu contoh sama dengan suhu pemanas air atau kemudian angkat dan kocok dengan cara membalik-balikkan wadah berulang kali. Apabila setelah pemanasan dan pengocokkan, contoh tidak jernih, saring minyak tersebut dengan kertas saring pada waktu masih berada dalam pemanas air atau pada suhu  $50^\circ\text{C}$ .

#### 3.3 Contoh berbentuk padat

Lelehkan contoh dengan cara memanaskan di dalam pengering atau penangas air pada suhu  $10^\circ\text{C}$  di atas titik leleh contoh. Apabila setelah pemanasan contoh menjadi jernih, lakukan pengerjaan sesuai butir 1 dan apabila keruh atau mengandung sedimen, lakukan pengerjaan sesuai butir 3.

### 4 Definisi

**4.1** Kadar air adalah bahan yang menguap pada pemanasan dengan suhu dan waktu tertentu.

**4.2** Bilangan peroksida adalah jumlah peroksida yang terdapat dalam contoh, dinyatakan dengan istilah miliekivalen oksigen aktif per kg, yang mengoksidasi kalium iodida pada kondisi perlakuan yang dijelaskan pada cara kerja.

**4.3** Bilangan iod dari lemak dan minyak adalah banyaknya gram halogen yang diserap oleh 100 gram lemak dan dinyatakan dalam berat iod.

**4.4** Bilangan penyabunan adalah jumlah mg kalium hidroksida yang diperlukan untuk menyabunkan satu gram lemak.

**4.4.1** Bilangan asam adalah banyaknya mg KOH yang diperlukan untuk menetralkan satu gram lemak.

**4.4.2** Asam lemak bebas adalah kadar asam-asam lemak bebas yang terkandung dalam lemak.



**4.4.3** Derajat asam adalah banyaknya ml larutan basa (NaOH atau KOH) 0,1 N, yang diperlukan untuk menetralkan 100 gram lemak.

**Tabel 1 Jenis asam lemak bebas berdasarkan jenis minyak**

No	Jenis minyak	Dihitung sebagai	Bobot molekul
1	Minyak kelapa	Asam laurat	200
2	Minyak sawit	Asam palmitat	256
3	Minyak ikan	Asam arakhidonat	304
4	Minyak kedelai	Asam oleat	282
5	Minyak jagung	Asam oleat	282
6	Minyak wijen	Asam oleat	282
7	Minyak kacang tanah	Asam oleat	282

**4.5** Bilangan *Reichert Meissell* adalah jumlah larutan alkali 0,1 N yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam yang menguap yang larut dalam air yang disolasi dari 5 gram contoh minyak atau lemak dengan perlakuan yang sesuai seperti dijelaskan dalam cara kerja di bawah ini.

**4.6** Bilangan *Polenske* adalah jumlah larutan alkali 0,1 N yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam yang tidak larut dalam air yang disolasi dari 5 gram contoh minyak atau lemak dengan perlakuan yang sesuai seperti dijelaskan dalam cara kerja di bawah ini.

## **5 Kadar air**

### **5.1 Metode oven**

#### **5.1.1 Acuan**

Standar Nasional Indonesia, SNI 01– 2891– 1992, *Cara uji makanan dan minuman*.

#### **5.1.2 Prinsip**

Kehilangan pada bobot pemanasan 105°C dianggap sebagai kadar air yang terdapat dalam contoh.

#### **5.1.3 Peralatan**

- Neraca analitik;
- Oven pengering dengan pemanas listrik;
- Botol timbang alumunium tertutup dengan diameter 8 cm – 9 cm, dalamnya 4 cm - 5 cm, dasar rata;
- Desikator.

#### **5.1.4 Cara kerja**

- Panaskan botol timbang berisi pasir laut kering (kuarsa/kertas saring berlipat) dan pengaduk pada oven dengan suhu 105°C selama satu jam.
- Dinginkan dalam desikator selama ½ jam.
- Timbang dan catat bobotnya.
- Timbang minyak atau lemak sebanyak 5 gram pada bobot timbang yang sudah didapat bobot konstan.
- Panaskan dalam oven pada suhu 105°C selama satu jam.
- Dinginkan dalam desikator selama ½ jam.



- g) Timbang botol timbang yang berisi cuplikan tersebut.
- h) Ulangi pemanasan dan penimbangan sampai diperoleh bobot tetap.

#### 5.1.5 Perhitungan

Kadar air dinyatakan sebagai persen bobot per bobot, dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar air} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\%$$

Keterangan :

$m_1$  adalah bobot cuplikan

$m_2$  adalah bobot cuplikan setelah pengeringan

### 5.2 Metode destilasi

#### 5.2.1 Acuan

Standar Nasional Indonesia, SNI 01–2891– 1992, *Cara uji makanan dan minuman*.

#### 5.2.2 Prinsip

Pemisahan azeotropik air dengan pelarut organik.

#### 5.2.3 Pereaksi

Xylol, Toluene.

#### 5.2.4 Peralatan

- a) Alat aufhauser, berukuran 5 ml;
- b) Pemanas listrik;
- c) Neraca analitik.

#### 5.2.5 Cara kerja

- a) Timbang dengan seksama 5 gram - 10 gram cuplikan, masukan ke dalam labu didih dan tambahkan 300 ml xylol serta batu didih.
- b) Sambungkan dengan alat aufhauser dan panaskan di atas penangas listrik selama satu jam dihitung sejak mulai mendidih. Setelah cukup satu jam matikan penangas listrik dan biarkan alat aufhauser mendingin.
- c) Bilas alat pendingin dengan xylol murni atau toluene.
- d) Hitung kadar air dalam contoh.

#### 5.2.6 Perhitungan

$$\text{Kadar air} = \frac{V}{W} \times 100\%$$

Keterangan :

W adalah bobot cuplikan, dinyatakan dalam gram

V adalah volume air yang dibaca pada alat aufhauser, dinyatakan dalam ml



### 5.3 Metode Karl Fischer

#### 5.3.1 Acuan

Heirich K. *Official Methods of Analysis of the Association Analytical Chemists*, 15<sup>th</sup> ed., Arlington, Virginia, USA, 1990.

#### 5.3.2 Prinsip

Titrasi air yang terkandung dalam contoh dengan pereaksi yang sesuai.

#### 5.3.3 Peralatan

- a) Alat titrasi *Karl Fischer*, manual ataupun otomatis, beserta pengaduk;
- b) Neraca analitik.

#### 5.3.4 Pereaksi

- a) Pereaksi *Karl* yang telah distabilkan dengan H<sub>2</sub>O/ml yang setara dengan kira-kira 5 mg/ml pereaksi :
  1. Larutkan 133 gram iod dalam 425 piridin kering dalam bobot g – s kering dan tambahkan 425 ml etilen glikol monoetil eter.
  2. Dinginkan sampai mencapai suhu di bawah 4°C dalam penangas es dan alirkan 102 gram -105 gram SO<sub>2</sub>. Kocok dan biarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil, tetapi harus distandarkan setiap kali pemakaian.
  3. Standardisasikan dengan natrium tartrat 2H<sub>2</sub>O, 1 ml Na-tartrat. 2H<sub>2</sub>O = 0,1566 mg H<sub>2</sub>O. Sebagai pilihan, standardisasilah dengan H<sub>2</sub>O dalam metanol yang ditimbang seperti berikut :
    - Timbang 50 mg H<sub>2</sub>O dan masukan ke dalam wadah penitar dan titer.
    - Hitunglah C = mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi.
- b) Pengencer larutan *Karl Fischer*, 2 metoksietanol, piridin (4 : 1).
- c) Pelarut contoh yaitu CHCl<sub>3</sub> anhidrat : CH<sub>3</sub>OH (1 : 1) atau (2 : 1).

#### 5.3.5 Cara kerja

- a) Timbang dengan ketelitian 0,01 gram, sebanyak 5 gram - 25 gram contoh yang diperkirakan mengandung kira-kira 100 mg H<sub>2</sub>O ke dalam wadah, larutkan dalam CHCl<sub>3</sub> anhidrat metanol.
- b) Titer dengan pereaksi *Karl Fischer* yang belum ataupun yang sudah diencerkan (1:1) sampai titik akhir.
- c) Lakukan penetapan blanko.
- d) Hitung kadar air dalam contoh.

#### 5.3.6 Perhitungan

Kadar air dinyatakan sebagai persen, dihitung sampai 2 desimal dengan rumus:

$$\text{Kadar air, \%} = \frac{(V \times C)}{W \times 10}$$

Keterangan :

V adalah volume pereaksi

W adalah bobot contoh

C adalah banyaknya mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi (lihat butir 5.3.4 .a.3)



## 6 Bilangan peroksida

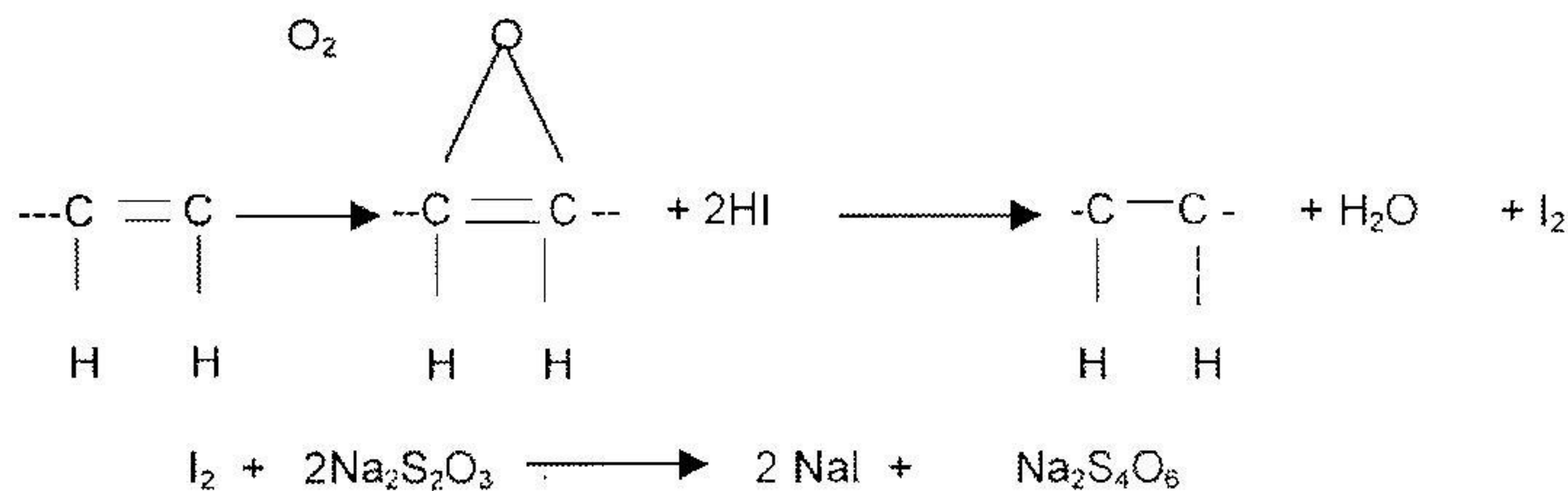
### 6.1 Acuan

- Standar Nasional Indonesia, SNI 01– 3555 –1994, *Cara uji minyak dan lemak*.
- Paquot C. IUPAC, *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fat and Derivates 6<sup>th</sup> ed* (cara pertama), Pergamon, 1979 (cara kedua).

### 6.2 Prinsip

Larutan contoh dalam asam asetat glasial, dan kloroform direaksikan dengan larutan KI. Iodium yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat.

### 6.3 Reaksi



### 6.4 Pereaksi

1. Kloroform pro analisis.
2. Asam asetat glasial, pro analisis.
3. Kalium iodida, pra kristal.
4. Etanol 95%.
  1. Pembuatan larutan standar natrium tiosulfat 1 N  
Timbang 246 gram natrium tiosulfat  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , larutkan ke dalam labu ukur satu liter dengan air suling bebas  $\text{CO}_2$  kemudian tera dan himpitkan.
  2. Pembuatan larutan standar natrium tiosulfat 1 N  
Encerkan 100 ml larutan standar natrium tiosulfat ini ke dalam labu ukur satu liter lalu isi dan tera labu ukur sampai tanda garis dengan air suling bebas  $\text{CO}_2$ .
  3. Larutan natrium tiosulfat 0,02 N  
Larutkan 20 ml larutan natrium tiosulfat 0,1 N (dengan pipet) dalam labu ukur 100 ml lalu isi dan tera labu ukur sampai tanda garis dengan air suling bebas  $\text{CO}_2$ .
- e. Air suling bebas  $\text{CO}_2$ .  
Didihkan air suling selama 20 menit, kemudian dinginkan dalam sebuah wadah yang dilengkapi dengan alat proteksi  $\text{CO}_2$  yang berupa tabung penyerap yang mengandung campuran  $\text{NaOH}$  dan  $\text{CaO}$ .
- f. Indikator larutan kanji 0,5%.  
Didihkan 0,5 gram serbuk kanji dengan 100 ml air suling.

CATATAN : Tambahkan sedikit  $\text{HgO}$  kristal untuk pengawetan.

### 6.5 Peralatan

- a) Neraca analitik, ketelitian 0,1 mg, terkalibrasi;
- b) Erlenmeyer, bertutup asah 250 ml - 300 ml;
- c) Pipet gondok 20 ml, terkalibrasi;
- d) Labu ukur 100 ml, terkalibrasi;



- e) Buret 10 ml dan 50 ml, terkalibrasi;
- f) Gelas ukur 50 ml dan 100 ml.

## 6.6 Cara kerja

### 6.6.1 Cara pertama

- a) Timbang ke dalam Erlenmeyer 300 ml, sebanyak 0,3 gram – 5,0 gram contoh.
- b) Tambahkan 30 ml campuran larutan dari 20 ml asam asetat glasial, 25 ml metanol 95% dan 55 ml kloroform.
- c) Tambahkan satu gram kristal kalium iodida dan simpan di tempat gelap selama 30 menit.
- d) Tambahkan 50 ml air suling bebas CO<sub>2</sub>.
- e) Titrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat 0,02 N dengan larutan kanji sebagai indikator.
- f) Lakukan penetapan blanko.
- g) Lakukan penetapan duplo.
- h) Hitung bilangan peroksida dalam contoh.

**Tabel 2 Bobot cuplikan berdasarkan perkiraan nilai peroksida contoh**

Perkiraan nilai peroksida (miligram ekivalen oksigen/kg)	Bobot cuplikan (g)
0 – 12	5,0 – 2,0
12 – 20	2,0 – 1,2
20 – 30	1,2 – 0,8
30 – 50	0,8 – 0,5
50 – 90	0,5 – 0,3

### 6.6.2 Cara kedua

- a) Timbang ke dalam Erlenmeyer 300 ml, sebanyak 0,3 gram – 5,0 gram contoh.
- b) Tambahkan 10 ml kloroform dan larutkan contoh dengan cara menggoyangkan Erlenmeyer dengan kuat.
- c) Tambahkan 15 ml asam asetat glasial dan 1 ml larutan kalium iodida jenuh.
- d) Tutuplah segera Erlenmeyer tersebut dan kocok kira-kira 5 menit di tempat gelap pada suhu 15°C – 25°C.
- e) Tambahkan 75 ml air suling dan kocok dengan kuat
- f) Titer dengan larutan standar natrium tiosulfat 0,02 N dengan larutan kanji sebagai indikator.
- g) Lakukan penetapan blanko.
- h) Lakukan penetapan duplo.
- i) Hitung bilangan peroksida dalam contoh.

**Tabel 3 Bobot cuplikan berdasarkan perkiraan nilai peroksida contoh**

Perkiraan nilai peroksida (miligram ekivalen oksigen/kg)	Bobot cuplikan (g)
0 – 12	5,0 – 2,0
12 – 20	2,0 – 1,2
20 – 30	1,2 – 0,8
30 – 50	0,8 – 0,5
50 – 90	0,5 – 0,3



## 6.7 Perhitungan

Bilangan peroksida dapat dinyatakan dalam :

- a) Miligram ekuivalen dari oksigen aktif per kg. dihitung sampai dua desimal contoh dengan menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan peroksida (mg / kg)} = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m} \times 1000 \text{ atau}$$

- b) dinyatakan dalam mk oksigen aktif per kg.

$$\text{Bilangan peroksida (mg / kg)} = \frac{(V_1 - V_0) \times T \times 8}{m} \times 1000$$

Keterangan :

$V_0$  adalah nilai numerik volume dari larutan natrium tiosulfat untuk blanko, dinyatakan dalam ml

$V_1$  adalah nilai numerik volume dari larutan natrium tiosulfat untuk contoh, dinyatakan dalam ml

$T$  adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat yang digunakan

$m$  adalah berat contoh, dinyatakan dalam gram

## 7 Bilangan iod

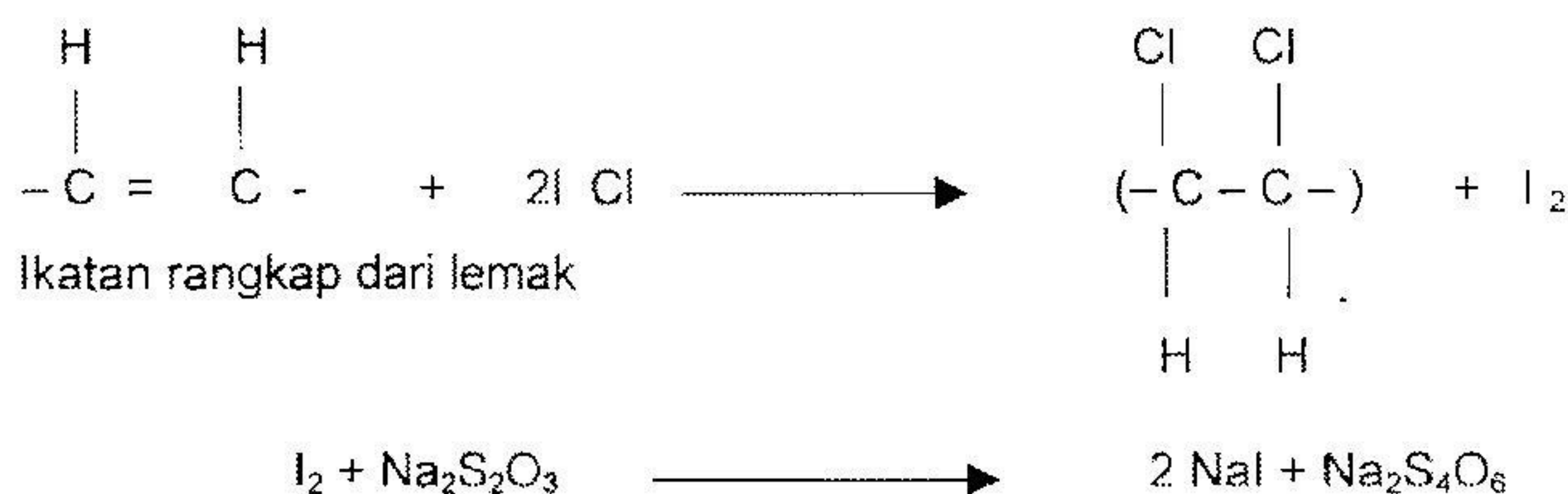
### 7.1 Acuan

Paquout. C. IUPAC, *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fat and Derivates*, 6<sup>th</sup> edition, Pergamon, 1979.

### 7.2 Prinsip

Penambahan larutan iodium monokhlorida dalam campuran asam asetat dan karbon tetrakhlorida ke dalam contoh. Setelah melewati waktu tertentu dilakukan penetapan halogen yang dibebaskan dengan penambahan kalium iodida (KI). Banyaknya iod yang dibebaskan dititrasikan dengan larutan standar natrium tiosulfat dan indikator kanji.

### 7.3 Reaksi



### 7.4 Pereaksi

- Karbon tetrakhlorida pro analisis.
- Larutan kalium iodida (KI) 20%, larutkan 20 gram kalium iodida dalam 100 ml air suling.
- Larutan natrium tiosulfat 0,1 N. Pembuatan 1 N standar natrium tiosulfat. Timbang 248 natrium tiosulfat. Larutkan dengan air suling bebas  $\text{CO}_2$  dan masukan ke dalam labu ukur 1 liter kemudian tera dan himpitkan. Encerkan 100 ml larutan natrium tiosulfat 1 N ke dalam labu ukur 1 liter dan tera labu ukur sampai tanda garis dengan air suling bebas  $\text{CO}_2$ .



- d) Indikator larutan kanji 0,5%. 0,5 gram serbuk kanji dididihkan dengan 100 ml air suling.
- e) Larutan *wijs*.  
 Pembuatan :  
 Timbang 13 gram iod dilarutkan ke dalam 1 liter asam asetat pekat lalu aliri gas khlor (tidak boleh berlebihan), sehingga sejumlah khlor yang terikat setara dengan iod yaitu diperlukan 3,6 gram khlor.  
 Untuk mengetahui apakah jumlah tersebut sudah cukup, Erlenmeyer berisi larutan asam asetat ditimbang sebelum dan sesudah dialiri gas khlor atau dengan memperhatikan perubahan warna dari coklat tua menjadi coklat kekuning-kuningan. Larutan *wijs* dimasukkan ke dalam botol berwarna dan disimpan ditempat gelap pada suhu kurang dari 30°C.

CATATAN : Larutan *wijs* dapat juga diperoleh dalam keadaan siap pakai.

## 7.5 Peralatan

- Neraca analitik, ketelitian minimal  $\pm 0,1$  mg, terkalibrasi;
- Erlenmeyer 500 ml bertutup asah;
- Pipet gondok 25 ml, terkalibrasi;
- Buret 50 ml, ketelitian 0,1 ml, terkalibrasi.

## 7.6 Cara kerja

- Timbang dengan teliti sejumlah contoh berdasarkan bilangan iod dari contoh tersebut ke dalam Erlenmeyer 500 ml, bertutup asah, lihat Tabel 4.
- Tambahkan 15 ml karbon tetraoksida dengan menggunakan gelas ukur untuk melarutkan lemak.
- Tambahkan dengan tepat 25 ml larutan *wijs* dengan menggunakan pipet gondok (jangan dipipet dengan mulut), kemudian tutuplah Erlenmeyer tersebut.
- Simpan selama 1 jam – 2 jam dalam tempat/ruang gelap untuk lemak yang mempunyai nilai bilangan iod di bawah 50, simpan di tempat gelap selama 1 jam. Untuk lemak yang mempunyai nilai bilangan iod di atas 50, simpan di tempat gelap selama 2 jam.
- Tambahkan 10 ml larutan KI 20% dan 100 ml air suling. Tutup Erlenmeyer dengan segera, kocok dan titer dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N dan larutan kanji sebagai indikator.
- Lakukan penetapan duplo.
- Lakukan penetapan blanko.
- Hitung bilangan iod dalam contoh.

Tabel 4 Bilangan iod

Nilai bilangan iod	Contoh (gram)
< 5	3,00
5 – 20	1,00
21 – 50	0,40
51 – 100	0,20
101 – 150	1,13
151 – 200	0,10



## 7.7 Perhitungan

Bilangan iod dinyatakan sebagai gram iod yang diserap per 100 gram dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{12,69 \times T \times (V_3 - V_4)}{m}$$

Keterangan :

$T$  adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N

$V_3$  adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada peniteran blanko, dinyatakan dalam ml

$V_4$  adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada peniteran contoh, dinyatakan dalam ml

$m$  adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram.

## 8 Bilangan penyabunan

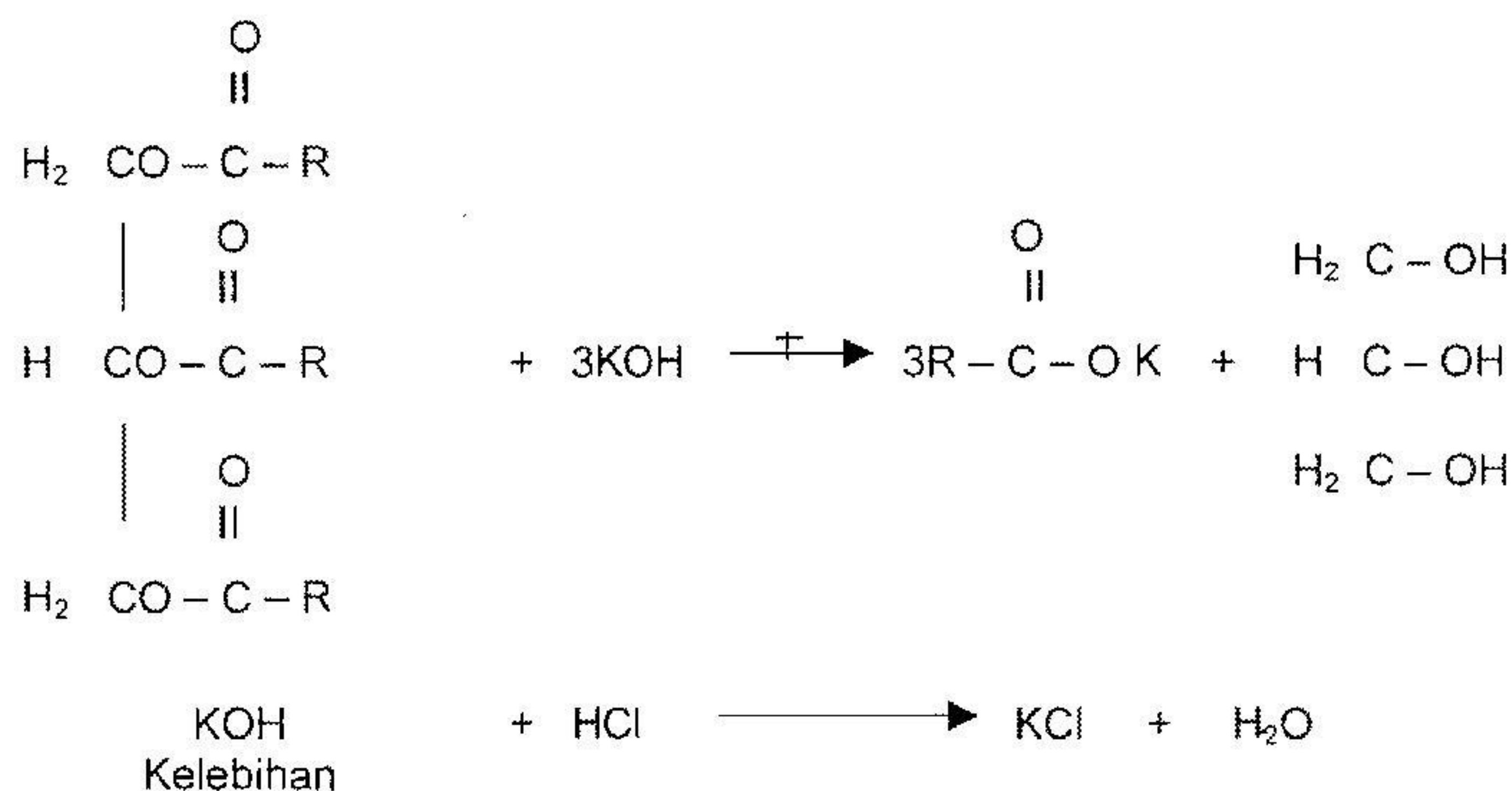
### 8.1 Acuan

Paquout., C. IUPAC, *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fat and Derivates*, 6<sup>th</sup> edition, Pergamon, 1979.

### 8.2 Prinsip

Penyabunan contoh dengan larutan kalium hidroksida dalam etanol di bawah pendingin tegak dan peniteran kelebihan kalium hidroksida dengan asam khlorida dengan adanya indikator fenolftalein.

### 8.3 Reaksi



### 8.4 Pereaksi

- Kalium hidroksida 0,5 N dalam etanol 95%. Timbang KOH sebanyak kira-kira 40 gram dan dilarutkan dengan 25 ml air suling, kemudian encerkan dengan etanol 95% sampai 1 liter dan simpan dalam botol coklat.
- Asam khlorida, HCl, 0,5 N. Larutkan 41,5 ml (HCl 37% bj. 1,19) menjadi 1 liter dengan air suling.
- Indikator larutan fenolftalein 0,5%. Larutkan 0,5 gram fenolftalein dalam alkohol 95% ke dalam labu ukur 100 ml.



### 8.5 Peralatan

- a) Neraca analitik, dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi;
- b) Erlenmeyer 200 ml;
- c) Pendingin tegak yang panjangnya 1 m;
- d) Pipet volumetri 25 ml, terkalibrasi;
- e) Buret 50 ml, dengan ketelitian 0,01 ml, terkalibrasi;
- f) Penangas air atau pemanas listrik.

### 8.6 Cara kerja

- a) Timbang kira-kira dua gram contoh ketelitian 0,0001 gram dan masukan ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml.
- b) Tambahkan 25 ml KOH alkohol 0,5 dengan menggunakan pipet dan beberapa butir batu didih.
- c) Hubungkan Erlenmeyer dengan pendingin tegak dan didihkan di atas penangas air atau pemanas listrik selama satu jam.
- d) Tambahkan 0,5 ml –1 ml fenolftalein ke dalam larutan tersebut dan titer dengan asam klorida HCl 0,5 N sampai warna indikator berubah menjadi tidak berwarna.
- e) Lakukan penetapan duplo.
- f) Lakukan penetapan blanko.
- g) Hitung bilangan penyabunan dalam contoh.

### 8.7 Perhitungan

Bilangan penyabunan dinyatakan sebagai miligram KOH per gram lemak dihitung sampai satu desimal dengan menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan penyabunan} = \frac{56,1 \times T \times (V_0 - V_1)}{m}$$

Keterangan :

- $V_0$  adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada peniteran blanko , dinyatakan dalam ml
- $V_1$  adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada peniteran contoh, dinyatakan dalam ml
- $T$  adalah normalitas HCl 0,5 N
- $m$  adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram

## 9 Bilangan asam/asam lemak bebas/derajat asam

### 9.1 Acuan

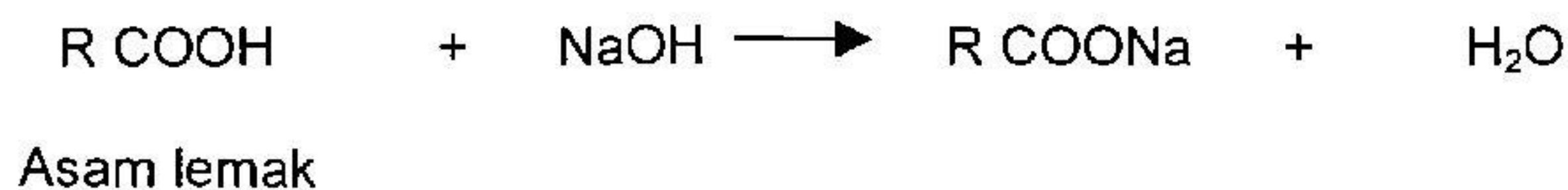
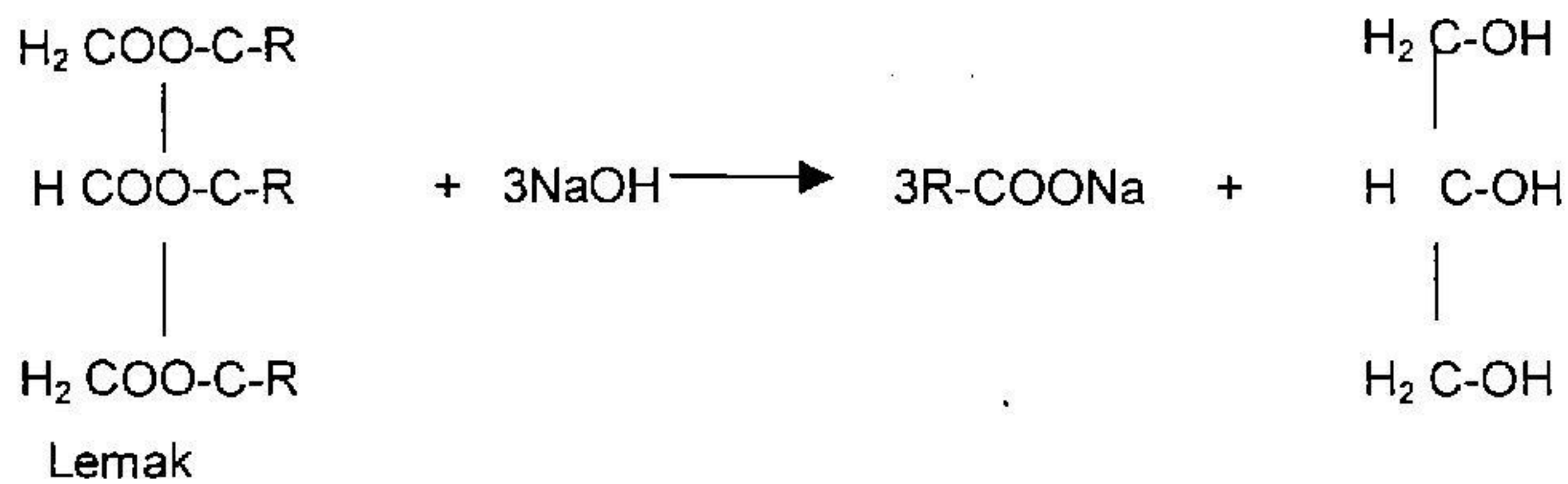
Paquout., C. IUPAC, *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fat and Derivates*, 6<sup>th</sup> edition, Pergamon, 1979.

### 9.2 Prinsip

Pelarutan contoh lemak/minyak dalam pelarut organik tertentu (alkohol 96% netral) dilanjutkan dengan peniteran dengan basa (NaOH atau KOH).



### 9.3 Reaksi



### 9.4 Pereaksi

- Larutan alkohol 95% netral  
Masukan alkohol 95% sebanyak yang diperlukan ke dalam Erlenmeyer, tetesi dengan beberapa tetes indikator fenolftalein kemudian dititrasi dengan larutan standar NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.
- Indikator fenolftalein (PP) 0,5%  
Larutkan 0,5 gram fenolftalein dalam 100 ml etanol 95%
- Larutkan standar NaOH 0,1
  - Pembuatan larutan NaOH 50% (larutan sorenson)  
Larutkan 100 gram NaOH dalam air suling bebas CO<sub>2</sub> sebanyak 100 ml.
  - Pembuatan larutan standar NaOH 0,1 N  
Larutkan 5,26 ml NaOH 50% (19 N) ke dalam labu ukur 1000 ml dan ditera sampai tanda garis dengan air suling bebas CO<sub>2</sub>. Tetapkan normalitas larutan tersebut.

### 9.5 Peralatan

- Neraca analitik, ketelitian minimal 0,1 ml, terkalibrasi;
- Erlenmeyer 250 ml, terkalibrasi;
- Buret 10 ml atau 50 ml, terkalibrasi.

### 9.6 Cara kerja

#### 9.6.1 Cara pertama

- Timbang dengan seksama 2 gram – 5 gram contoh ke dalam Erlenmeyer 250 ml.
- Tambahkan 50 ml etanol 95% netral.
- Tambahan 3 tetes - 5 tetes indikator PP dan titer dengan larutan standar NaOH 0,1 N hingga warna merah muda tetap (tidak berubah selama 15 detik).
- Lakukan penetapan duplo.
- Hitungan bilangan asam/kadar asam lemak bebas/derajat asam dalam contoh.

#### 9.6.2 Cara kedua

- Timbang sejumlah contoh berdasarkan perkiraan bilangan asam dalam contoh tersebut (lihat tabel 5) dan masukan ke dalam Erlenmeyer 250 ml.
- Tambah 150 ml campuran etanol 95% v/v dan dietileter (1:1 v/v) dan larutkan dengan cara menggoyangkan Erlenmeyer.

- c) Tambahkan 3 tetes – 5 tetes indikator PP dan titer dengan larutan NaOH 0,1 N hingga warna merah muda tetap (tidak berubah selama 15 detik).
- d) Lakukan penetapan duplo.
- e) Hitung bilangan asam/kadar asam lemak bebas/derajat asam dalam contoh.

**Tabel 5 Bobot contoh perkiraan bilangan asam dari contoh**

Perkiraan bilangan keasaman	Bobot penimbangan (g)	Ketelitian penimbangan (g)
1	20	0,50
1 – 4	10	0,20
4 – 15	2,5	0,01
15 – 75	0,5	0,001
> 75	0,1	0,0002

## 9.7 Perhitungan

- a. Bilangan asam dinyatakan sebagai mg KOH/gram lemak, dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\frac{V \times T \times 56,1}{m}$$

- b. Asam lemak bebas dinyatakan sebagai persen asam lemak, dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\frac{M \times V \times T}{10 m}$$

- c. Derajat asam dinyatakan sebagai miliekivalen/100 gram lemak, dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\frac{100 \times V \times T}{m}$$

Keterangan :

- V* adalah volume NaOH yang diperlukan dalam peniteran, dinyatakan dalam ml
- T* adalah normalitas NaOH
- m* adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram
- M* adalah bobot molekul asam lemak

## 10 Bilangan Reichert Meissel

### 10.1 Acuan

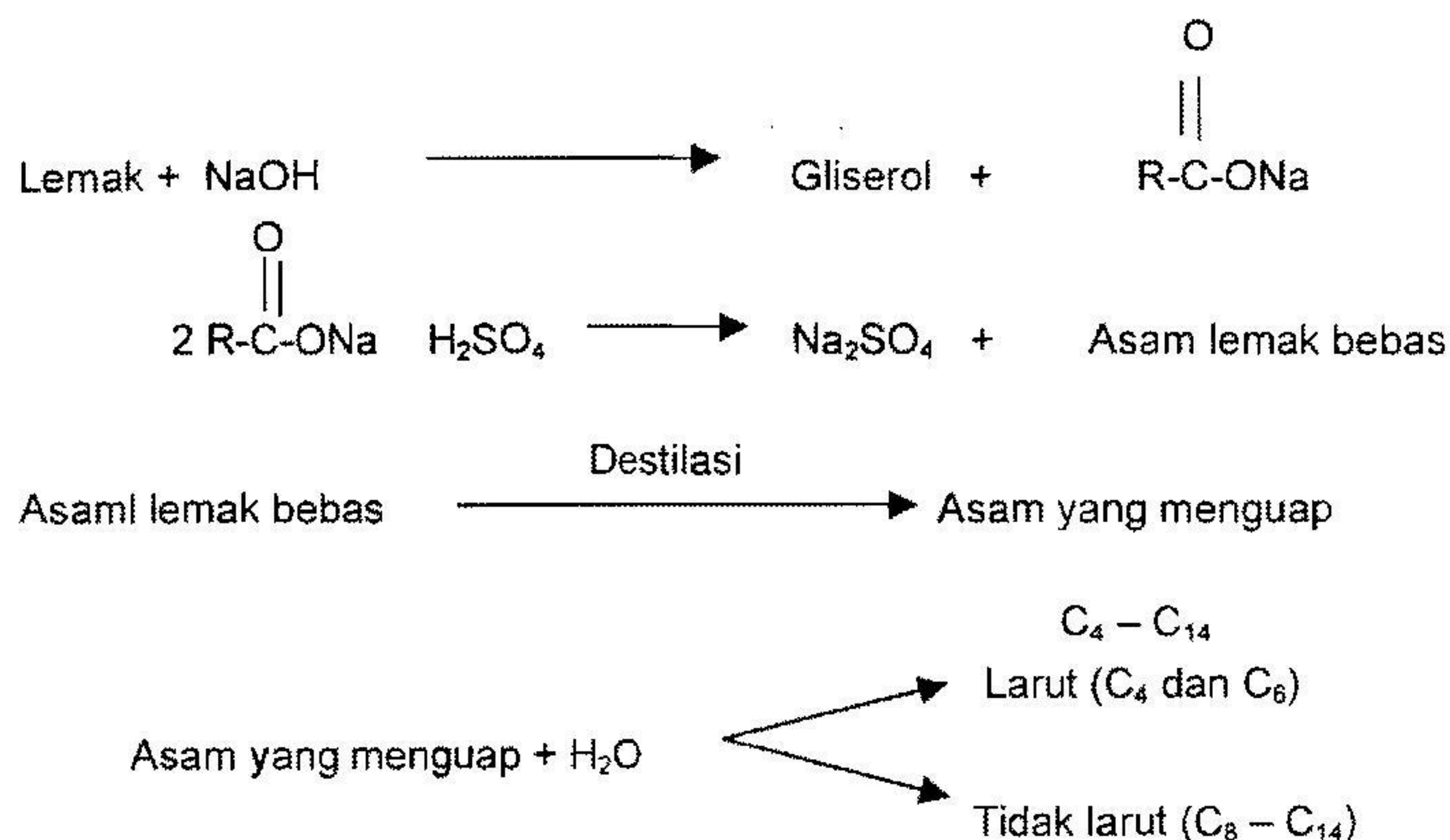
Paquout., C. IUPAC, *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fat and Derivates*, 6<sup>th</sup> edition, Pergamon, 1979.

### 10.2 Prinsip

Penyabunan lemak dalam larutan gliserol kemudian diikuti pelarutan dengan air dan pembebasan asam-asam lemak bebas oleh asam sulfat.



### 10.3 Reaksi



### 10.4 Pereaksi

- Gliserol netral 98% (BJ 1,26).
- Larutan natrium hidroksida, NaOH 50%.
- Larutan asam sulfat, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer.
- Indikator fenolftalein.
- Larutan natrium hidroksida, NaOH 0,1 N.
- Natrium sulfat, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat.

### 10.5 Peralatan

- Neraca analitik, dengan ketelitian minimal 0,1 mg, terkalibrasi;
- Labu berdasar rata 300 ml;
- Gelas ukur 100 ml;
- Bubuk batu apung dengan ukuran 1,4 mm – 2 mm;
- Alat destilasi;
- Kertas saring berdiameter 90 mm;
- Labu berskala 100/110 ml.

### 10.6 Cara kerja

- Timbang dengan teliti 5,0 gram contoh dari hasil penyaringan ke dalam labu berdasar rata 300 ml.
- Tambahkan 20 gram (lebih kurang 16 ml) gliserol dan 2 ml NaOH 50% (gunakan buret), kemudian kocok sampai contoh bersabunkan seluruhnya dan larutan benar-benar jernih.
- Panaskan sampai lebih kurang 90°C.
- Tambahkan 93 ml air suling yang sudah dididihkan dan kocok. Larutan harus tetap jernih, bila larutan tidak jernih (penyabunan tidak sempurna) atau warnanya lebih gelap dari kuning jernih (pemanasan berlebihan). Ulangi proses penyabunan ini dengan contoh yang baru.
- Tambahkan 0,1 gram serbuk batu apung dan 50 ml larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer.
- Hubungkan labu dengan alat destilasi.
- Panaskan dengan hati-hati sampai asam lemak bebas mencair semua.
- Atur nyala api dan tampung destilasi sebanyak 110 ml dalam labu ukur dalam waktu 19 menit – 21 menit.



- i) Tutup labu ukur dan masukan ke dalam penangas air 15°C sedemikian rupa sehingga batas 110 ml terletak 1 cm di bawah garis penangas, diamkan selama 10 menit. Setelah 10 menit labu dibolak-balikkan 4 kali – 5 kali (tanpa terkocok).
- j) Saring larutan dengan kertas saring filtrat dan tambahkan 5 ml indikator PP kemudian titrasi dengan larutan NaOH. Lakukan juga penetapan blanko.

## 10.7 Perhitungan

$$RM = 11 \times N \times (a-b)$$

Keterangan :

*RM* adalah *Reichert Meissell*

*a* adalah jumlah NaOH yang digunakan untuk peniteran contoh, dinyatakan dalam ml

*b* adalah jumlah NaOH yang digunakan untuk peniteran blanko, dinyatakan dalam ml

*N* adalah normalitas

## 11 Bilangan *Polenske*

### 11.1 Acuan

Paquout., C. IUPAC, *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fat and Derivates*, 6<sup>th</sup> edition, Pergamon, 1979.

### 11.2 Prinsip

Penyabunan lemak mentega dalam gliserol dengan basa kuat dengan cara volumetri. Bilangan *Polenske* untuk menentukan asam lemak yang menguap dan tidak larut dalam air.

### 11.3 Pereaksi

- a) Gliserol netral 98% (BJ 1,26).
- b) Larutan natrium hidroksida, NaOH 50% (b/b) yang sudah jernih.
- c) Asam sulfat H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer.
- d) Indikator PP (fenolftalein).
- e) Larutan natrium hidroksida NaOH 0,1 N atau kalium hidroksida, KOH 0,1 N.
- f) Air suling yang telah dididihkan 15 menit untuk membebaskan CO<sub>2</sub>.
- g) Etanol 95% (v/v).

### 11.4 Peralatan

- a) Neraca analitik, dengan ketelitian minimum 0,1 mg, terkalibrasi;
- b) Gelas piala, 25 ml;
- c) Labu berskala 100/110 ml;
- d) Corong;
- e) Kertas saring;
- f) Alat destilasi;
- g) Bubuk batu apung dengan ukuran partikel 1,4 ml – 2 ml;
- h) Buret;
- i) Gelas ukur 100 ml;
- j) Labu berdasar rata 300 ml.

### 11.5 Cara kerja

- a) Setelah penetapan bilangan *Reichert Meissell*, cuci pendingin dengan 15 ml air suling yang telah didinginkan.
- b) Tampung air pembilas pada gelas piala 25 ml. Bilas labu berskala 100/110 ml dengan air pembilas ini, kemudian saring. Ulangi pekerjaan ini masing-masing dengan 15 ml air suling.



- c) Kumpulkan air pembilas terakhir dalam wadah terpisah dan netralkan dengan alkali. Bila larutan pembilas ini pada penetralannya dibutuhkan kurang satu tetes alkali, bilasan ini tidak dipergunakan. Cuci pendingin dengan 15 ml etanol 95% (v/v). Kumpulkan etanol pencuci dalam gelas piala 25 ml dan gunakan untuk membilas labu ukur, kemudian saring. Ulangi pengerjaan ini dua kali.
- d) Tambahkan tiga tetes indikator fenolftalein (PP) ke dalam etanol pembilas (45) dan titer dengan larutan NaOH atau KOH.
- e) Lakukan penetapan blanko.
- f) Hitung bilangan *Polenske* dalam contoh.

### 11.6 Perhitungan

$$\text{Bilangan Polenske} = 10 \times N \times (V1 - V2)$$

Keterangan :

V1 adalah jumlah NaOH atau KOH yang digunakan untuk contoh, dinyatakan dalam ml  
 V2 adalah jumlah NaOH atau KOH yang digunakan untuk blanko, dinyatakan dalam ml  
 N adalah normalitas NaOH atau KOH

## 12 Ketepatan

### 12.1 Validasi metode uji bilangan peroksida (cara pertama)

Ini dilakukan dengan menganalisis contoh yang sama dengan menggunakan metode yang berbeda di laboratorium yang berbeda. Data statistik yang diperoleh adalah :

Standar deviasi	1,881
Koefisien variasi	31,02
Repitibilitas	
– nilai dugaan	0,684
– nilai ketidakpastian	0,21
Reproducibility	
– nilai dugaan	5,343
– nilai ketidakpastian	1,64

### 12.2 Validitas metode uji bilangan iod

Ini dilakukan dengan menganalisis contoh yang sama dengan menggunakan metode yang berbeda di laboratorium yang berbeda. Data statistik yang diperoleh adalah :

Standar deviasi	2,64
Koefisien variasi	1,92
Repitibilitas	
– Nilai dugaan	2,23
– Nilai ketidakpastian	0,81
Reproducibility	
– Nilai dugaan	7,64
– Nilai ketidakpastian	2,7



### 12.3 Validitas metode uji bilangan penyabunan

Ini dilakukan dengan menganalisis contoh yang sama dengan menggunakan metode yang berbeda di laboratorium yang berbeda. Data statistik yang diperoleh adalah :

Standar deviasi	4,04
Koefisien variasi	2,11
Repitibilitas	
– Nilai dugaan	3,15
– Nilai ketidakpastian	1,2
Reprodusibilitas	
– Nilai dugaan	11,64
– Nilai ketidakpastian	4

### 12.4 Validitas metode uji bilangan asam/asam lemak bebas/derajat asam

Ini dilakukan dengan menganalisis contoh yang sama dengan menggunakan metode yang berbeda di laboratorium yang berbeda. Data statistik yang diperoleh adalah :

Standar deviasi	0,04
Koefisien variasi	20,97
Repitibilitas	
– Nilai dugaan	0,15
– Nilai ketidakpastian	0,03
Reprodusibilitas	
– Nilai dugaan	0,13
– Nilai ketidakpastian	0,03

## 13 Lampiran

### 13.1 Standardisasi larutan natrium tiosulfat 0,02 N

- Timbang 0,05 gram – 0,1 gram kalium iodat ( $KIO_3$ ) kering, larutkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml dengan air suling sebanyak 50 ml.
- Tambahkan 10 ml kalium iodida 20% dan 2,5 ml HCl 4 N, iod yang dibebaskan dititer dengan natrium tiosulfat 0,1 N sampai larutan berwarna kuning.
- Tambahkan 2 ml – 3 ml larutan kanji dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang. Lakukan penetapan duplo. Hitung normalitas natrium tiosulfat 0,1 sampai 4 desimal dengan menggunakan rumus :

$$N \text{ (grek/l)} = \frac{m}{V \times E_q}$$

Keterangan :

- $m$  adalah berat kalium iodat, dinyatakan dalam mg  
 $V$  adalah volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan untuk titrasi  
 $E_q$  adalah berat ekivalen dari kalium iodat.

CATATAN : Apabila perbedaan antara kedua penetapan lebih dari 0,0004, lakukan penetapan triplo.

### 13.2 Standardisasi larutan HCl 0,5 N

- Timbang kira-kira 0,75 gram boraks (*analytical grade*) dengan ketelitian 0,001 gram, dalam kaca arloji, kemudian pindahkan dalam Erlenmeyer 250 ml larutkan dengan air suling dan gelas kaca arlojinya.
- Tambahkan 3 tetes penunjuk merah metil (0,1) gram dalam 100 ml etanol 70% titar dengan HCl 0,5 N hingga warna larutan menjadi merah muda.



- c) Lakukan penetapan duplo.
- d) Hitung normalitas larutan standar HCl.

Perhitungan :

Normalitas larutan standar HCl dapat dihitung sampai 4 desimal dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$N = \frac{W}{190,6 \times A}$$

Keterangan :

W adalah berat boraks, dinyatakan dalam mg

A adalah volume HCl yang dipakai dalam peniteran

CATATAN : Perbedaan hasil diantara dua penetapan tidak boleh lebih dari 0,0004. Bila lebih dari 0,0004 lakukan penetapan triplo.

### 13.3 Penetapan normalitas larutan standar NaOH 0,1 N

- a) Timbang sebanyak 0,1 gram asam oksalat, larutkan dengan air suling, kemudian ditambahkan 3 tetes – 5 tetes indikator fenolftalein dan dititer dengan larutan standar NaOH 0,1 N yang akan digunakan sampai terbentuk warna merah muda.
- b) Lakukan penetapan duplo. Hitung normalitas larutan NaOH 0,1 N sampai 4 desimal dengan menggunakan rumus :

$$N = \frac{m}{V \times 63}$$

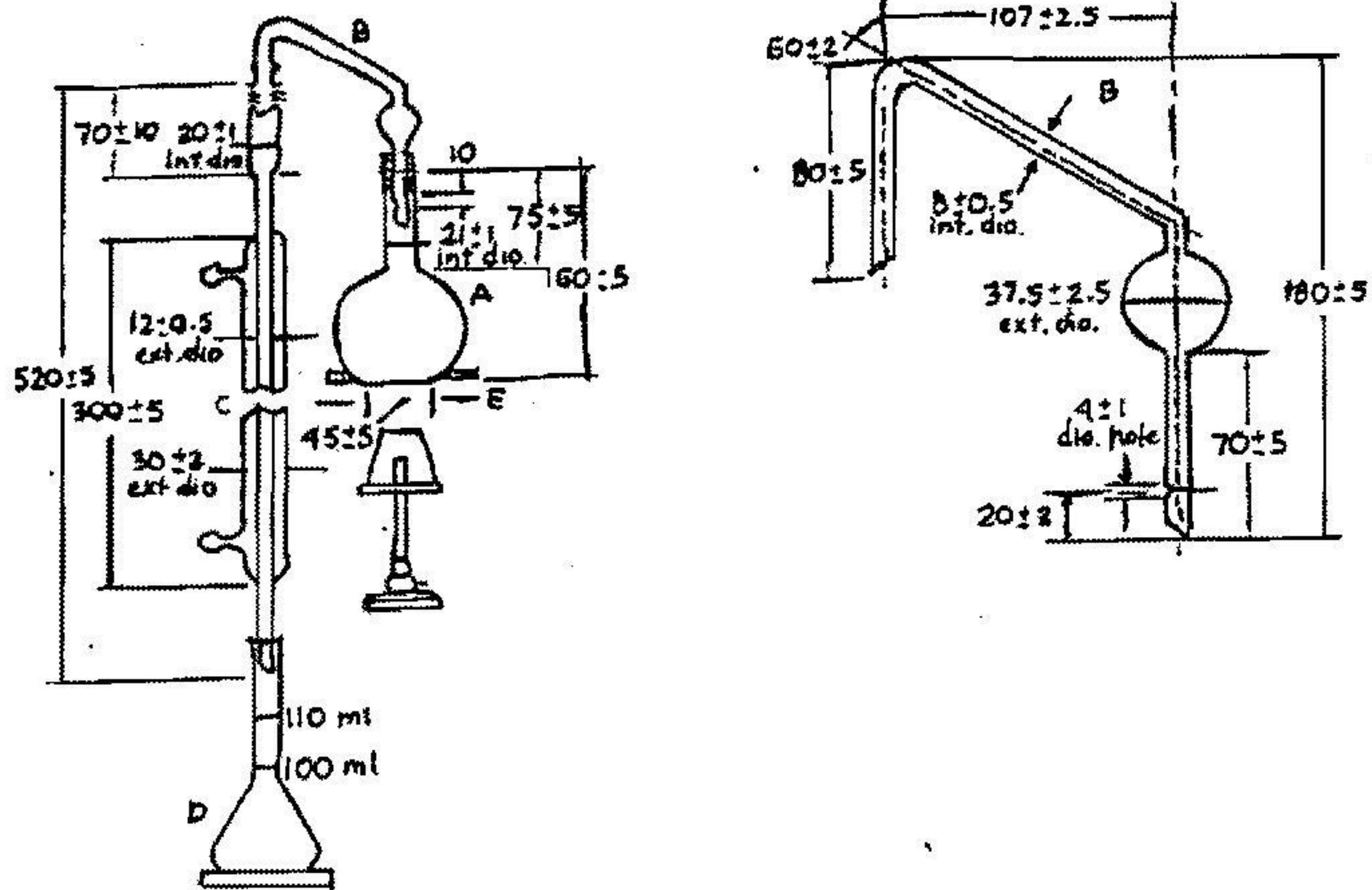
Keterangan :

m adalah berat asam oksalat, dinyatakan dalam mg

V adalah volume larutan NaOH 0,1 N yang digunakan

CATATAN : Apabila perbedaan antara kedua penetapan lebih dari 0,0004, lakukan penetapan triplo





Gambar

Alat destilasi untuk penetapan bilangan *Reichert Meissel* dan *Polenske*









**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)